

⑤ Int. Cl. ⑤ 日本分類
A 61 j 30 C 42
30 C 01

日本国特許庁

⑪ 特許出願公告

昭45-38348

⑩ 特許公報

④ 公告 昭和45年(1970)12月4日

発明の数 1

(全3頁)

1

⑥ 脂溶性ビタミン類の安定な粉末又は粒状化法

② 特 願 昭43-17130

② 出 願 昭43(1968)3月16日

⑦ 発 明 者 桜井芳人

東京都新宿区矢来町79

同 藤巻正生

東京都杉並区大宮前5の246

同 渡辺泰男

東京都板橋区向原3の7の231

同 大谷否古磨

埼玉県北足立郡大和町諏訪原団地

1の2の305

同 田村秀雄

東京都中野区沼袋3の11の18

⑦ 出 願 入 理研ビタミン油株式会社

東京都千代田区西神田3の8の

10

代 表 者 永持孝之進

代 理 人 弁理士 谷山輝雄 外3名

図面の簡単な説明

図面は本発明を示す説明図である。

発明の詳細な説明

本発明は脂溶性ビタミン類の安定な粉末状又は粒状物質の製造法、更に詳しくは、脂溶性ビタミン類の粉末化又は粒状化にあたり粉末化又は粒状化に還元糖類とアミノ酸類を共存せしめ、加熱乾燥することにより乾燥工程での脂溶性ビタミン類の損失なしに安定な粉末状又は粒状物質を得んとするものである。

先に本出願人は特公昭34-8349号脂溶性ビタミン類の粉末及び粒状物質の製法を得ている。当願においてナトリウムカゼネートとポリビニールアルコール及びナトリウムカーボキシメチルセルローズ、脂溶性ビタミン類、界面活性剤で構成される乳化液に糖類を混合し、後乾燥せしめ、脂溶性ビタミン類の粉末及び粒状の製造法を得てい

る。当願において使用する糖類としてデキストリン・乳糖・マルトース・デンプン等を使用しているが、乾燥して得られた粉末又は粒状物は貯蔵中の安定性は非常に高い。しかし乾燥工程での熱による脂溶性ビタミン類の損失はまぬがれなかつた。

本発明者等は更に研究の結果、カゼインのアルカリ塩類及び上記糖類の他にグリコース、キシロースとアミノ酸類を添加せしめておくと乾燥粉末化・粒状化工程で脂溶性ビタミン類の力価の損失なしに粉末又は粒状物が得られ、かつ得られた脂溶性ビタミン類粉末は粒状物の安定性を向上させることが明らかになつた。即ち、これら基材で構成される乳化液状物を粉末化するためには乾燥工程を経る必要があるが、この乾燥工程で乳化液状物は加熱を受けるため、糖とアミノ酸類はアミノカルボニル反応を起こし、褐変化現象が起こつてるとみられる。

この褐変生成物を生ずる程度の加熱を与えるならば、乾燥方法としてはスプレードライニング、ドラム乾燥法、真空乾燥法等通常の乾燥法で可能である。

このように糖類・アミノ酸類を基材の一つに配合したものは加熱乾燥処置を経る段階での脂溶性ビタミン類の安定化に寄与することが明らかになつた。

一般に脂溶性ビタミン類としてビタミンAアルコール、ビタミンA脂肪酸エステル、ビタミンE脂肪酸エステルは油状性であり、脂溶性ビタミン類が酸化に対して不安定なことは周知の如くである。これに対し各種合成抗酸化剤、天然抗酸化剤の使用や被覆剤を用いて空気による酸化を防止する方法等が行われているが、充分とはいえない。

本発明は特公昭34-8349号の方法において前述したように粉末化工程での脂溶性ビタミン類の粉末又は粒状物質の安定化は還元糖類とアミノ酸類の共存する条件のもとに得られるその知見から、還元糖類とアミノ酸類の存在下に加熱乾燥することによつて所期の目的を達したものである。

2

3

本発明においてカゼインのアルカリ塩類を使用する目的は脂溶性ビタミン類を含有する油の微細粒子の保持のためである。ポリビニールアルコールは粉末又は粒子の被膜の目的で使用される。

脂溶性ビタミン類及び界面活性剤を適量加えた後、ホモゲナイザーにより機械的に微細粒子に分散細分する。得られた乳状液に乾燥粉末の吸湿防止と大気中の酸素に対して不浸透性を与えるために乳糖、デキストリン、マルトース、デンプン等の外にグルコース、キシロース、とアミノ酸としてグリシン、ロイシン、チロシン、メチオニン等を加えるホモゲナイザーにより完全に乳化する。かくして得た乳化液を加熱乾燥するに当たり乾燥方法に最適な粘度に調整した後乾燥する。

スプレードライヤーにかける場合は、通常スプレードライヤーの乾燥室中はこの工程で酸化からの影響を防ぐため、 N_2 ガス、 CO_2 ガスなど不活性ガスの加熱された気流で満たされ、スプレー物質が酸化破壊の影響を受けないように乾燥するのが望ましい。しかるに本発明に於いてはこれら不活性ガス中での操作は不用であり空気を利用した熱風で乾燥しても酸化による影響はないことが明らかになった。

乾燥物質は直ちに無水溶剤で粉末表面にある余分の油を洗浄除去し、室温で真空乾燥機中で洗浄溶剤を除去する。乳化液を薄膜とするドラム乾燥や平皿上での加温乾燥又は加温真空乾燥でも同様な目的を達する。

しかしこの乾燥温度条件は粉末の力価に大きく影響する。乳化液はスプレードライヤー内で粒子状になり粒子中の水が蒸発するとき、粒子の温度は $100^{\circ}C$ 近くになるように熱風温は $100^{\circ}C$ 以上、望ましくは $140\sim 200^{\circ}C$ である。そして排風温は $60\sim 80^{\circ}C$ になつている事から粉末となつて落下する間に温度差 $200\sim 80^{\circ}C$ 、又は $140\sim 60^{\circ}C$ の範囲の熱による変性をうけていることになる。

次に本発明を具体的ならしめるために実施例を掲げる。

実施例

特公昭34-8349号公報に記載の方法に従い実施したが、その際の基本配合として使用した基材配合比は第1表の如くである。

4

第 1 表

水	140 cc
カゼイン(ナトリウム塩)	7 g
ポリビニールアルコール	0.5 g (水40ccに溶解)
Na-カーボキシメチルセルローズ	1 g
ビタミンA パルミテート又は ビタミンE アセテート或はビ タミンD ₂	8 g
デエタノールアミン	0.5 g
デキストリン	50 g
乳糖	70 g
レシチン飽和アルコール	5 cc

上記配合のものに第2表の如く糖類、アミノ酸又はそれらの混合物を添加して第3表に示す噴霧乾燥条件で乾燥した。

第 2 表

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
マルトース	50 g	50 g	—	—
グルコース	—	—	8 g	—
グリシン	—	4 g	4 g	8 g

第 3 表

	熱風温($^{\circ}C$)	内温($^{\circ}C$)	排風温 ($^{\circ}C$)	流 量 ℓ/hr
実施例 1	145~180	78~84	66~68	6.5
" 2	150~200	80~98	70~88	6.4
" 3	160~180	82~85	67~68	5.8
" 4	164~172	84~92	72~77	6.0

その結果上記のスプレー乾燥後のビタミン類の残存率は第4表の通りであつた。

第 4 表

	ビタミンA	ビタミンE	ビタミンD
40 実施例 1	90%	86	95
" 2	99%	99	100
" 3	100%	99	100
" 4	90%	87	95

45 尚安定度試験条件($40^{\circ}C$ 、RH 80%)で行

5

6

つた時のビタミンAの経日的な残存率についてはこれを図面に示した。

これより脂溶性ビタミン類は糖類とアミノ酸類によつてスプレードライ等の加熱工程において安定であることが判る。

びアミノ酸類を混合し、これを加熱乾燥すると同時に該糖類とアミノ酸類の反応生成物を生ぜしめることを特徴とする脂溶性ビタミン類の粉末及び粒状物質の製造法。

5

特許請求の範囲

1 脂溶性ビタミン類を含む乳化液に還元糖類及

